

PAT-NO: JP02001188128A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 2001188128 A

TITLE: OPTICAL FILM, ITS MANUFACTURING
METHOD AND LIQUID CRYSTAL DISPLAY DEVICE USING IT

PUBN-DATE: July 10, 2001

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
YAJIMA, TAKATOSHI	N/A
SHIBUE, TOSHIAKI	N/A
HONDA, MAKOTO	N/A

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
KONICA CORP	N/A

APPL-NO: JP2000292126

APPL-DATE: September 26, 2000

PRIORITY-DATA: 11299901 (October 21, 1999)

INT-CL (IPC): G02B005/30, B29C041/24 , B29C041/52 ,
G02F001/13363

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an optical film with excellent humidity and heat resistance, high strength, few defects due to foreign matters and excellent viewing angle characteristics and a liquid crystal display device using the same.

SOLUTION: The optical film is formed with an aliphatic acid cellulose ester

film, which is composed of the aliphatic acid cellulose ester with acetyl and propionyl groups and is characterized by exhibiting 60-300 nm retardation value (Rt value) in the thickness direction defined with the formula 1. Rt value = $((n_x + n_y)/2 - n_z) \times d$ (formula 1) (n_x , n_y , n_z and d express the refractive index in the direction of the largest refractive index in the film plane, the refractive index in the film plane in the direction vertical to n_x , the refractive index in the thickness direction of the film and the film thickness (nm) respectively).

COPYRIGHT: (C)2001,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-188128

(P2001-188128A)

(43) 公開日 平成13年7月10日 (2001.7.10)

(51) IntCl⁷

識別記号

F I

テマート* (参考)

G 0 2 B 5/30

G 0 2 B 5/30

B 2 9 C 41/24

B 2 9 C 41/24

41/52

41/52

G 0 2 F 1/13363

G 0 2 F 1/13363

// B 2 9 K 1:00

B 2 9 K 1:00

審査請求 未請求 請求項の数21 OL (全 12 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2000-292126(P2000-292126)

(71) 出願人 000001270

コニカ株式会社

(22) 出願日 平成12年9月26日 (2000.9.26)

東京都新宿区西新宿1丁目26番2号

(31) 優先権主張番号 特願平11-299901

(72) 発明者 矢島 孝敏

東京都日野市さくら町1番地コニカ株式会

(32) 優先日 平成11年10月21日 (1999.10.21)

社内

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(72) 発明者 渋谷 俊明

東京都日野市さくら町1番地コニカ株式会

社内

(72) 発明者 本田 誠

東京都日野市さくら町1番地コニカ株式会

社内

(54) 【発明の名称】 光学フィルム及びその製造方法並びにそれを用いた液晶表示装置

(57) 【要約】

【課題】 湿熱耐久性に優れ、強度が強く、異物欠陥が少なく、かつ視野角特性に優れた光学フィルム及びそれを用いた液晶表示装置を提供すること。

【解決手段】 アセチル基及びプロピオニル基を有する

脂肪酸セルロースエステルを有し、式1で定義する厚み方向のリターデーション値 (R t 値) が60~300 nmであることを特徴とする脂肪酸セルロースエステルフィルムからなる光学フィルム。

$$R t 値 = ((n_x + n_y) / 2 - n_z) \times d \quad (式 1)$$

(n_x はフィルム面内の屈折率が最も大きい方向の屈折率、 n_y は n_x に直角な方向でのフィルム面内の屈折率、

n_z はフィルムの厚み方向の屈折率、 d はフィルムの厚み (nm) をそれぞれ表す。)

【特許請求の範囲】

【請求項1】 アセチル基及びアロピオニル基を有する脂肪酸セルロースエステルを有し、式1で定義する厚み*

$$Rt値 = ((n_x + n_y) / 2 - n_z) \times d \quad (式1)$$

(n_x はフィルム面内の屈折率が最も大きい方向の屈折率、 n_y は n_x に直角な方向でのフィルム面内の屈折率、 n_z はフィルムの厚み方向の屈折率、 d はフィルムの厚み(nm)をそれぞれ表す。)

【請求項2】 厚み方向のリターデーション値が90～200nmであることを特徴とする請求項1に記載の光学フィルム。

【請求項3】 厚み方向のリターデーション値が100～175nmであることを特徴とする請求項1に記載の光学フィルム。

【請求項4】 式2で定義する面方向のリターデーション値(Ro 値)が30nm未満であることを特徴とする請求項1～3のいずれか1項に記載の光学フィルム。

$$Ro値 = (n_x - n_y) \times d \quad (式2)$$

(n_x はフィルム面内の屈折率が最も大きい方向の屈折率、 n_y は n_x に直角な方向でのフィルム面内の屈折率、 d はフィルムの厚み(nm)をそれぞれ表す。)

【請求項5】 フィルムの厚みが40～190 μ mであることを特徴とする請求項1～4のいずれか1項に記載の光学フィルム。

【請求項6】 フィルムの厚みが60～190 μ mであることを特徴とする請求項1～4のいずれか1項に記載の光学フィルム。

【請求項7】 フィルムの厚みが75～190 μ mであることを特徴とする請求項1～4のいずれか1項に記載の光学フィルム。

【請求項8】 脂肪酸セルロースエステルのアセチル基置換度(DSac)とアロピオニル基置換度(DSpr)の合計が2.1～2.8であることを特徴とする請求項1～7のいずれか1項に記載の光学フィルム。

【請求項9】 脂肪酸セルロースエステルがアセチル基置換度1.5～2.3、アロピオニル基置換度0.6～1.2であることを特徴とする請求項1～7のいずれか1項に記載の光学フィルム。

【請求項10】 脂肪酸セルロースエステルがアセチル基置換度2.0未満であることを特徴とする請求項8、9のいずれか1項に記載の光学フィルム。

【請求項11】 請求項1～10に記載の光学フィルムをベルトまたはドラム上で流延製膜し製造する際に、ベルトまたはドラムから剥離する時の残留溶媒量を5～100%にすることを特徴とする光学フィルムの製造方法。

【請求項12】 請求項1～10に記載の光学フィルムをベルトまたはドラム上で流延製膜し製造する際に、流延製膜する溶液の溶媒が非塩素系溶媒を50%以上含有することを特徴とする光学フィルムの製造方法。

*方向のリターデーション値(Rt 値)が60～300nmであることを特徴とする光学フィルム。

※【請求項13】 請求項1～10に記載の光学フィルムをベルトまたはドラム上で流延製膜し製造する際に、流延製膜する溶液の全溶媒に対するアルコール系溶媒の質量比が0.3以下であることを特徴とする光学フィルムの製造方法。

10 【請求項14】 脂肪酸セルロースエステル100質量部に対し、リン酸エステル化合物、脂肪酸エステル化合物、クエン酸エステル化合物及びフタル酸エステル化合物から選択される可塑剤の少なくとも1種を1～30質量部含有させることを特徴とする請求項1～10のいずれか1項に記載の光学フィルム。

【請求項15】 脂肪酸セルロースエステル100質量部に対し、0.1 μ m以下の平均粒径を有する微粒子を0.005～0.3質量部含有させることを特徴とする請求項1～10及び14のいずれか1項に記載の光学フィルム。

20 【請求項16】 脂肪酸セルロースエステル100質量部に対し、0.8～2.0質量部の紫外線吸収剤を含有させることを特徴とする請求項1～10、14及び15のいずれか1項に記載の光学フィルム。

【請求項17】 偏光クロスニコル状態で認識される大きさが5～50 μ mの異物が250mm²当たり200個以下で、50 μ mを越える異物が0個であることを特徴とする請求項1～10及び14～16のいずれか1項に記載の光学フィルム。

30 【請求項18】 偏光クロスニコル状態で認識される大きさが5～50 μ mの異物が250mm²当たり100個以下であることを特徴とする請求項17に記載の光学フィルム。

【請求項19】 少なくとも片面の偏光板保護フィルムが請求項1～10及び14～18のいずれか1項に記載の光学フィルムであることを特徴とする偏光板。

【請求項20】 請求項1～10及び14～18のいずれか1項に記載の光学フィルムを用いることを特徴とするバーティカルアラインメント型液晶表示装置。

40 【請求項21】 2枚の偏光子で挟まれたバーティカルアラインメント型液晶セルを有する液晶表示装置において、請求項1～10及び14～18のいずれか1項に記載の光学フィルムを該偏光子と該液晶セルの間に1枚ずつ配置したことを特徴とするバーティカルアラインメント型液晶表示装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、光学用途に用いられるフィルムであって、保護フィルム、特に液晶表示装置の偏光板保護フィルム及び液晶表示装置に関する。

【0002】

【従来の技術】液晶表示装置は、低電圧、低消費電力でIC回路への直結が可能であり、そして、特に薄型化が可能であることから、ワードプロセッサやパーソナルコンピュータ等の表示装置として広く採用されている。この液晶表示装置の基本的な構成は、液晶セルの両側に偏光板を設けたものである。

【0003】このような液晶表示装置は、コントラスト等の観点から、ツイスト角が90度のツイステッドネマティック(TN)を用いた液晶表示装置から、ツイスト角が160度以上のスーパーツイステッドネマティック(STN)を用いた液晶表示装置に移行して来ている。

【0004】しかし、STNを用いた液晶表示装置は液晶の複屈折を利用したものであることから、TNを用いた液晶表示装置におけるノーマリーホワイトでは白だった背景が青色あるいは黄色に着色する問題があり、このため、白黒表示ではコントラスト及び視野角が狭く、また、カラー化が困難と言った問題がある。

【0005】この問題を解決するため、すなわち複屈折分を補償するため、偏光板の下に位相差板を用いる技術が提案された。この技術によれば、前記着色の問題は解決されるものの、視野角については殆ど改善されていない。また、厚み方向の屈折率が複屈折の光軸に垂直な方向の屈折率よりも大きな複屈折フィルムを作製し、これを位相差板として用いる技術が提案された。更には、固有複屈折値が正と負のフィルムを各々一枚ずつ、或いは積層したものを位相差板として用いる技術が提案された。また、特開平7-218724号公報に示される如く、偏光子の少なくとも一方の保護フィルムが、波長590nmの光で測定した面方向のリターデーション値が30~70nmのアセチルセルロースからなるプラスチックフィルムである偏光板が提案された。

【0006】これら提案の技術によって、視野角によるコントラストの変化が小さくなり、視野角特性が向上した。

【0007】ところで、低電圧、低消費電力、薄型化の上で他の表示装置にはない大きな特長を有する液晶表示装置における最大の問題、つまり視野角が狭い問題の改善に対する要求は益々強まる一方であり、更なる研究が押し進められている。

【0008】このような研究開発の1つとして、TNやSTNタイプとは異なるタイプの液晶が提案されるに至った。すなわち、TNやSTNタイプの液晶セルは、電圧オフ時に液晶分子が配向板に平行で、電圧オン時に液晶分子が配向板に垂直に配向するタイプであるのに対し、電圧オフ時に液晶分子が配向板に垂直で、電圧オン時に配向板に平行のタイプ、例えば誘電異方性が負のネガ型液晶を用いた、所謂、バーティカルアラインメント(VA)型のものが開発されるに至った。

【0009】このVA型液晶表示装置は、電圧オフ時に

液晶分子が配向板に垂直で、電圧オン時に液晶分子が配向板に平行に配向させる垂直配向モードの液晶セルであることから、黒がしっかりと黒として表示され、コントラストが高く、TNやSTN型のものに比べて視野角が比較的広い。しかしながら、液晶画面が大きくなるに従って、更に視野角を広げる要望が高まっている。

【0010】本発明者は、このVA方式液晶の視野角を更に広げるために偏光板保護フィルムについての研究を押し進めているうちに、VA型液晶表示装置においては特開平7-218724号公報に示されているような面内方向のリターデーション値をコントロールしたフィルムを用いてもその効果は低いことに気づいた。

【0011】そこで、偏光板保護フィルムに対する研究を更に押し進めた結果、これまでの面内のリターデーション値ではなく、面方向と厚み方向の異方性を表す値である厚み方向のリターデーション値(R_t値；上記式1)を正の値でコントロールしたフィルムを使用した場合にVA型液晶表示装置の視野角が一層広くなることを見出し、更に厚み方向リターデーション値を大きくする方法につき検討を加えた結果、本発明に至った。

【0012】なお、光学フィルム、特に偏光板保護フィルムには、高温高湿下で偏光子の吸湿による収縮や劣化、粘着剤層の劣化等による偏光板と液晶セルのガラス基板との剥離を防止するという湿熱耐久性が特に重要である。更に、高い透明性、強度、ハンドリング性等が要求される。

【0013】また、セルロースエステルフィルムを溶解して製膜する際に、エステル化が不十分な部分が不溶解異物としてフィルム中に残存しやすい。これを液晶表示素子に組み入れた場合、不溶解物である異物の屈折率がセルロースエステルと異なるため、偏光状態を阻害し異常発光する欠陥となる。近年、液晶表示装置の高精細化が進み、このような異物による欠陥が問題になっており、このような異物数が少ないことも重要な特性の一つになっている。

【0014】また特開平9-90101号公報には、特定範囲のアセチル基やプロピオン基を導入して溶剤の選択範囲を広げ塩素系炭化水素を溶媒としなくとも製膜できること、TF型や階調表示のFSTN型のように高コントラストを実現した液晶表示装置の高コントラストを損なわないようにすることを目的にした面方向と厚み方向のリターデーション値がいずれも低い脂肪酸セルロースエステルが提案されている。

【0015】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、湿熱耐久性に優れ、強度が強く、異物欠陥が少なく、かつ視野角特性に優れた光学フィルム及びそれを用いた液晶表示装置を提供することである。

【0016】

【課題を解決するための手段】上記課題は下記手段によ

り達成された。

【0017】1. アセチル基及びプロピオニル基を有する脂肪酸セルロースエステルを有し、上記式1で定義する厚み方向のリターデーション値(R_t値)が60~300nmであることを特徴とする光学フィルム。

【0018】2. 厚み方向のリターデーション値が90~200nmであることを特徴とする上記1に記載の光学フィルム。

【0019】3. 厚み方向のリターデーション値が100~175nmであることを特徴とする上記1に記載の光学フィルム。

【0020】4. 上記式2で定義する面方向のリターデーション値(R_o値)が30nm未満であることを特徴とする上記1~3のいずれか1項に記載の光学フィルム。

【0021】5. フィルムの厚みが40~190μmであることを特徴とする上記1~4のいずれか1項に記載の光学フィルム。

【0022】6. フィルムの厚みが60~190μmであることを特徴とする上記1~4のいずれか1項に記載の光学フィルム。

【0023】7. フィルムの厚みが75~190μmであることを特徴とする上記1~4のいずれか1項に記載の光学フィルム。

【0024】8. 脂肪酸セルロースエステルのアセチル基置換度(DS_{ac})とプロピオニル基置換度(DS_{pr})の合計が2.1~2.8であることを特徴とする上記1~7のいずれか1項に記載の光学フィルム。

【0025】9. 脂肪酸セルロースエステルがアセチル基置換度1.5~2.3、プロピオニル基置換度0.6~1.2であることを特徴とする上記1~7のいずれか1項に記載の光学フィルム。

【0026】10. 脂肪酸セルロースエステルがアセチル基置換度2.0未満であることを特徴とする上記8、9のいずれか1項に記載の光学フィルム。

【0027】11. 上記1~10に記載の光学フィルムをベルトまたはドラム上で流延製膜し製造する際に、ベルトまたはドラムから剥離する時の残留溶媒量を5~100%にすることを特徴とする光学フィルムの製造方法。

【0028】12. 上記1~10に記載の光学フィルムをベルトまたはドラム上で流延製膜し製造する際に、流延製膜する溶液の溶媒が非塩素系溶媒を50%以上含有することを特徴とする光学フィルムの製造方法。

【0029】13. 上記1~10に記載の光学フィルムをベルトまたはドラム上で流延製膜し製造する際に、流延製膜する溶液の全溶媒に対するアルコール系溶媒の質量比が0.3以下であることを特徴とする光学フィルムの製造方法。

【0030】14. 脂肪酸セルロースエステル100質

量部に対し、リン酸エステル化合物、脂肪酸エステル化合物、クエン酸エステル化合物及びフタル酸エステル化合物から選択される可塑剤の少なくとも1種を1~30質量部含有させることを特徴とする上記1~10のいずれか1項に記載の光学フィルム。

【0031】15. 脂肪酸セルロースエステル100質量部に対し、0.1μm以下の平均粒径を有する微粒子を0.005~0.3質量部含有させることを特徴とする上記1~10及び14のいずれか1項に記載の光学フィルム。

【0032】16. 脂肪酸セルロースエステル100質量部に対し、0.8~2.0質量部の紫外線吸収剤を含有させることを特徴とする上記1~10、14及び15のいずれか1項に記載の光学フィルム。

【0033】17. 偏光クロスニコル状態で認識される大きさが5~50μmの異物が250mm²当たり200個以下で、50μmを越える異物が0個であることを特徴とする上記1~10及び14~16のいずれか1項に記載の光学フィルム。

【0034】18. 偏光クロスニコル状態で認識される大きさが5~50μmの異物が250mm²当たり100個以下であることを特徴とする上記17に記載の光学フィルム。

【0035】19. 少なくとも片面の偏光板保護フィルムが上記1~10及び14~18のいずれか1項に記載の光学フィルムであることを特徴とする偏光板。

【0036】20. 上記1~10及び14~18のいずれか1項に記載の光学フィルムを用いることを特徴とするバーティカルアラインメント型液晶表示装置。

【0037】21. 2枚の偏光子で挟まれたバーティカルアラインメント型液晶セルを有する液晶表示装置において、上記1~10及び14~18のいずれか1項に記載の光学フィルムを該偏光子と該液晶セルの間に1枚ずつ配置したことを特徴とするバーティカルアラインメント型液晶表示装置。

【0038】以下、本発明を詳細に説明する。本発明の光学フィルムを構成する脂肪酸セルロースエステルは、セルロースの水酸基の一部がアセチル基とプロピオニル基で置換された混合脂肪酸エステルである。アセチル基置換度とプロピオニル基置換度の合計が2.1~2.8であることが好ましい。この範囲とすることで厚み方向のリターデーション値をより高くでき、良好な視野角向上効果が得られるとともに高い湿熱耐久性が得られる。さらに好ましい範囲は2.5~2.75、特に2.6~2.7が好ましい。また、アセチル置換度が1.5~2.3、プロピオニル置換度が0.6~1.2が好ましい。上記においてアセチル置換度は2.0未満がより好ましく、1.5~2.0未満がさらに好ましい。ここで置換度とはセルロース中の水酸基に結合した結合脂肪酸数をグルコピラノース単位で表したもののいい、アセチル

置換度はASTM-D817-91(セルロースアセテート等の試験法)に於けるアセチル化度の測定及び計算に従う。プロピオン基置換度の測定法は、ASTM-D817-96に従って測定することができる。

【0039】また脂肪酸セルロースエステルの数平均分子量は70,000~300,000、好ましくは90,000~200,000である。

【0040】脂肪酸セルロースエステルは、アシル化剤として酸無水物や酸塩化物を用いて合成できる。アシル化剤が酸無水物である場合は、反応溶媒として有機酸(例、酢酸)や塩化メチレンが使用され、触媒としては硫酸のような酸性触媒が用いられる。アシル化剤が酸塩化物である場合は、触媒として塩基性化合物が用いられる。工業的に最も一般的な合成方法では、セルロースをアセチル基及びプロピオン基に対応する有機酸(酢酸、プロピオン酸)またはそれらの酸無水物(無水酢酸、無水プロピオン酸)を含む混合有機酸成分でエステル化してセルロースエステルを合成する。アセチル化剤とプロピオン化剤の使用量は、合成するエステルが前述した置換度の範囲となるように調整する。反応溶媒の使用量は、セルロース100質量部に対し100~1000質量部であることが好ましい。酸性触媒の使用量は、セルロース100質量部に対し0.1~20質量部であることが好ましい。反応温度は、10~120℃であることが好ましい。また、アシル化反応が終了した後、必要に応じて加水分解(ケン化)して置換度を調整してもよい。反応終了後、反応混合物(セルロースエステルドープ)を沈澱のような慣用手段を用いて分離し、洗浄、乾燥することによりセルロースの脂肪酸エステル(セルロースアセテートプロピオネート)が得られる。

【0041】例えば以下の方法により合成することができる。セルロース299gに酢酸907gとプロピオン酸223gを加え、54℃で30分間混合する。混合物を冷却した後、約20℃に冷却した無水酢酸318g、無水プロピオン酸813g、硫酸10.6g及びプロピオン酸6.3gを加えてエステル化を行なう。エステル化における最高温度は40℃に調節する。エステル化反応を150分間行なった後、反応停止剤として酢酸295gと水98.5gの混合溶液を22分間かけて添加して過剰の無水物を加水分解する。反応液の温度を62℃に保ち、酢酸886gと水295gを加える。1時間後、酢酸マグネシウム18.0gを含む水溶液を加えて系内の硫酸を中和する。得られたセルロースアセテートプロピオネートはアセチル置換度が2.0、プロピオン置換度が0.8、数平均分子量が約10万である。

【0042】本発明の光学フィルムを構成する脂肪酸セルロースエステルは、綿花リンターから合成された脂肪酸セルロースエステルと木材パルプから合成された脂肪酸セルロースエステルのどちらかを単独あるいは混合して用いることができる。ベルトやドラムからの剥離性が

よい綿花リンターから合成されたセルローストリアセテートを多く使用した方が生産性が高く好ましい。綿花リンターから合成されたセルローストリアセテートの比率が60%以上で剥離性が顕著に向上するため、その使用比率は60%以上が好ましく、より好ましくは85%以上、更には単独で使用する事が最も好ましい。

【0043】本発明の光学フィルムを構成する脂肪酸セルロースエステルを溶解してドープを形成する溶媒としては、メチレンクロライド、酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸アミル、アセトン、テトラヒドロフラン、1,3-ジオキソラン、1,4-ジオキソラン、シクロヘキサノン、2,2,2-トリフルオロエタノール、2,2,3,3-テトラフルオロ-1-プロパノール、1,3-ジフルオロ-2-プロパノール等を挙げることができる。なお、メチレンクロライドのような塩素系溶媒は技術的には問題なく使用できるが、地球環境や作業環境の観点からできるだけ塩素系溶媒を含まないことが好ましい。酢酸メチル、酢酸エチル、アセトン等は環境上の問題が少ない。特に酢酸メチルが全有機溶媒に対し50質量%以上含有していることが好ましく、全有機溶媒に対し5~30%のアセトンを酢酸メチルを併用するとドープ粘度を低減出来好ましい。本発明でできるだけ塩素系溶媒を含まないとは、全有機溶媒量に対して塩素系溶媒が10%以下をいう。好ましくは5%以下、特に全く含まないことが最も好ましい。

【0044】上記ドープ中には、上記有機溶媒の他に1~30%の炭素数1~4のアルコールを含有させることが好ましい。アルコールを含有すると、ドープが支持体上に流延後、溶媒が蒸発し始めウェブ(流延用支持体上にドープを流延した以降のドープ膜をウェブという。)がゲル化し、ウェブを丈夫にし支持体から容易に剥離することができ、更に脂肪酸セルロースエステルの溶解を促進する効果が得られる。炭素原子数1~4のアルコールとしては、メタノール、エタノール、n-プロパノール、iso-プロパノール、n-ブタノール、sec-ブタノール、tert-ブタノールを挙げることができる。これらのうち、ドープの安定性、沸点、乾燥性、無毒性等からエタノールが好ましい。

【0045】ドープの固形分濃度は通常10~40%が好ましく、ドープ粘度は100~500ポアズの範囲に調整されることが良好なフィルムの平面性を得る点から好ましい。以上のようにして調整されたドープは、濾材で濾過し、脱泡してポンプで次工程に送る。

【0046】ドープ中には、可塑剤、マット剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤、染料等を添加してもよい。

【0047】本発明に使用するアセチル基及びプロピオン基を有する脂肪酸エステルセルロースは、それ自身が可塑剤としての効果を発現するので可塑剤を添加しなくてもあるいはわずかの添加量で十分なフィルム特性が得られるが、その他の目的で可塑剤を添加してもよい。

例えば、フィルムの耐湿性を向上する目的では、アルキルフタリルアルキルグリコレート類、リン酸エステルやカルボン酸エステル等が挙げられる。

【0048】アルキルフタリルアルキルグリコレート類としては、例えばメチルフタリルメチルグリコレート、エチルフタリルエチルグリコレート、プロピルフタリルプロピルグリコレート、ブチルフタリルブチルグリコレート、オクチルフタリルオクチルグリコレート、メチルフタリルエチルグリコレート、エチルフタリルメチルグリコレート、エチルフタリルプロピルグリコレート、メチルフタリルブチルグリコレート、エチルフタリルブチルグリコレート、ブチルフタリルメチルグリコレート、ブチルフタリルエチルグリコレート、プロピルフタリルブチルグリコレート、ブチルフタリルプロピルグリコレート、メチルフタリルオクチルグリコレート、エチルフタリルオクチルグリコレート、オクチルフタリルメチルグリコレート、オクチルフタリルエチルグリコレート等が挙げられる。

【0049】リン酸エステルとしては、例えばトリフェニルホスフェート、トリクレジルホスフェート、フェニルジフェニルホスフェート等を挙げることができる。

【0050】カルボン酸エステルとしては、例えばジメチルフタレート、ジエチルフタレート、ジブチルフタレート、ジオクチルフタレート及びジエチルヘキシルフタレート等のフタル酸エステル類、及びクエン酸アセチルトリメチル、クエン酸アセチルトリエチル、クエン酸アセチルトリブチル等のクエン酸エステル類を挙げることができる。またその他、オレイン酸ブチル、リシノール酸メチルアセチル、セバシン酸ジブチル、トリアセチン等を単独あるいは併用するのが好ましい。

【0051】可塑剤は必要に応じて、2種類以上を併用して用いてもよい。リン酸エステル系の可塑剤は、80%以下の使用比率がセルロースエステルフィルムの加水分解を引き起こしにくく耐久性に優れるため好ましい。また、リン酸エステル系の可塑剤は少ない方がさらに好ましく、フタル酸エステル系やグリコール酸エステル系の可塑剤だけを使用することが特に好ましい。中でも、メチルフタリルメチルグリコレート、エチルフタリルエチルグリコレート、プロピルフタリルプロピルグリコレート、ブチルフタリルブチルグリコレート、オクチルフタリルオクチルグリコレートが好ましく、特にエチルフタリルエチルグリコレートが好ましく用いられる。またこれらアルキルフタリルアルキルグリコレートを2種以上混合して使用してもよい。この目的で用いる可塑剤の量はセルロースエステルに対し1~30%が好ましく、特に4~13%が好ましい。これらの化合物は、セルロースエステル溶液の調整の際に、セルロースエステルや溶媒と共に添加しても良く、溶液調整中や調整後に添加してもよい。

【0052】フィルムの黄味を改善する目的で染料を添

加することもできる。セルロースエステルはやや黄味を呈しているため、色味は通常の写真用支持体に見られるようなグレーに着色できるものが好ましい。青色や紫色の染料が好ましく用いられる。但し、写真用支持体と異なりライトバイピング防止の必要はないので含有量は少なくても良く、セルロースエステルに対し1~100ppmが好ましく、更に2~50ppmが好ましい。複数の染料を適宜組み合わせることでグレーになるようにしてもよい。

10 【0053】フィルムが滑り難いとフィルム同士がブロッキングし、取扱性に劣る場合がある。本発明に係るフィルムには、二酸化ケイ素、二酸化チタン、焼成ケイ酸カルシウム、水和ケイ酸カルシウム、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸マグネシウム、リン酸カルシウム等の無機微粒子や架橋高分子等のマット剤を含有させることが好ましい。

【0054】また、フィルムのヘイズを低下するため、二酸化ケイ素のような微粒子は有機物によって表面処理されていることが好ましい。表面処理で好ましい有機物としては、ハロシラン類、アルコキシシラン類、シラザン、シロキサン等があげられる。マット効果は微粒子の平均径が大きい方が大きく、透明性は平均径の小さい方が優れるため、微粒子の一次粒子の平均径は0.1μm(100nm)以下、好ましくは5~50nm、より好ましくは7~14nmである。二酸化ケイ素の微粒子としては日本アエロジル(株)製のAEROSIL 200、200V、300、R972、R972V、R974、R202、R812、OX50、TT600等が挙げられ、好ましくはAEROSIL 200V、R972、R972V、R974、R202、R812等が挙げられる。このマット剤の配合はフィルムのヘイズが0.6%以下、動摩擦係数が0.5以下となるように配合することが好ましい。この目的で用いるマット剤の量は、脂肪酸セルロースエステルに対し0.005~0.3%が好ましい。

【0055】液晶表示装置は、屋外で使用される機会も多くなっており、偏光板保護フィルムに紫外線をカットする機能を付与することも重要である。本発明のフィルムには紫外線吸収剤を用いることが好ましく、紫外線吸収剤としては、液晶の劣化防止の点から波長370nm以下の紫外線の吸収能に優れ、かつ良好な液晶表示性の点より波長400nm以上の可視光の吸収が可及的に少ないものが好ましい。特に、波長370nmでの透過率が10%以下である必要がある。

【0056】この目的で用いられる紫外線吸収剤は、可視光領域に吸収がないことが好ましく、ベンゾトリアゾール系化合物、ベンゾフェノン系化合物、サリチル酸系化合物等が挙げられる。例えば、2-(2'-ヒドロキシ-5-メチルフェニル)ベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-3', 5'-ジメチルフェ

ニル)ベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-3'-ジメチルベンチル-メチルフェニル)ベンゾトリアゾール、2,4-ジヒドロキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-*n*-オクトキシベンゾフェノン、4-ドデシルオキシ-2-ヒドロキシベンゾフェノン、2,2',4,4'-テトラヒドロキシベンゾフェノン、2,2'-ジヒドロキシ-4,4'-ジメトキシベンゾフェノン、サリチル酸フェニル、サリチル酸メチル等である。

【0057】本発明においてはこれら紫外線吸収剤を1種以上用いていることが好ましく、異なる2種以上の紫外線吸収剤を含有してもよい。

【0058】紫外線吸収剤の添加方法は、アルコール、メチレンクロライド、ジオキソラン等の有機溶媒に溶解してからドープに添加するか、または直接ドープ中に添加してもよい。無機粉体のように有機溶剤に溶解しないものは、有機溶媒とセルロースエステル中にデゾルバーやサンドミルを使用し分散してからドープに添加する。

【0059】本発明における紫外線吸収剤の使用量はセルロースエステルに対し、0.1~2.5%、好ましくは0.5~2.0%、より好ましくは0.8~2.0%である。紫外線吸収剤の使用量が2.5%より多いと透明性が悪くなる傾向があり好ましくない。

【0060】フィルムの耐熱性を向上する目的で、ヒンダードフェノール系の化合物が好ましく用いられる。これらの化合物の添加量はセルロースエステルに対し1ppm~1.0%が好ましく、10~1000ppmが更に好ましい。また、この他、カルシウム、マグネシウム等のアルカリ土類金属塩等の熱安定剤を加えてもよい。

【0061】上記の他に更に帯電防止剤、難燃剤、滑り剤、油剤等も適宜添加してよい。不溶解異物を含有するセルロースエステルをフィルム化すると不溶解異物が乱反射の原因となるため、液晶表示装置に組み入れた場合には液晶セルの光が散乱してディスプレイが見にくくなる。不溶解異物は通常光では検出し難いが、2枚の偏光板を直交(クロスニコル)状態にし、その間にセルロースエステルフィルムを置いて反対側から光源の光を当てて観察すると、暗視野の中で異物が光って見えるので容易にその大きさと個数を測定できる。大きさが5~50μmの異物が250mm²当たり200個以下、50μmを超える大きさの異物は0個であることが好ましい。さらに好ましくは、5~50μmの異物が250mm²当たり100個以下である。5μm未満の異物は目視上あまり問題とならない。また、50μmを超える大きさの異物は、通常のセルロースエステル製造法ではほとんど生成せず、50μmを超える大きさの金属やシール材等の異物はセルロースエステル製造プロセス内で除去される。このため、溶解したドープをフィルターで異物を除去することが好ましい。使用するフィルターは、有機溶媒に対して耐性のあるものであればよく、例えば焼結

金属フィルター、金属繊維フィルター、樹脂フィルター(織布、不織布)、セラミックスフィルター、ガラスフィルター、濾紙が使用できる。また、フィルターの平均目開きは、除去しようとする異物の大きさによって適宜変動させることができるが、通常0.1~100μmの範囲から選択される。フィルターは単独で用いてもよいし、複数個を直列に配して用いてもよい。特に、濾水時間が20秒以上の濾紙を使用し、かつ濾過圧力を1.6MPa以下で濾過することが好ましい。より好ましくは、濾水時間が30秒以上の濾紙を使用し、かつ濾過圧力を1.2MPa以下、さらに好ましくは濾水時間が40秒以上の濾紙を使用し、かつ濾過圧力を1.0MPa以下で濾過することが好ましい。濾紙は2枚重ねて用いることが好ましい。濾過圧力は濾過流量と濾過面積を適宜選択することで調整できる。

【0062】得られたドープを支持体上に流延し製膜する。製膜方法としてはバンド法やドラム法を用いることができる。次に、このようにして得られたフィルムを支持体から剥き取る。その後、張力をかけて乾燥ゾーン中を搬送しながら乾燥する。

【0063】流延工程：ドープを加圧型定量ギアポンプを通して加圧ダイに送液し、流延位置において、無限に移送する無端の金属ベルトあるいは回転する金属ドラムの流延用支持体(以降、単に支持体ということもある)上に加圧ダイからドープを流延する工程である。流延用支持体の表面は鏡面となっている。その他の流延方法として、ドープ膜をブレードで膜厚を調節するドクターブレード法、あるいは逆回転するロールで調節するリバースロールコーター法があるが、口金部分のスリット形状を調製出来、膜厚を均一にし易い加圧ダイが好ましい。加圧ダイにはコートハンガーダイやTダイ等があるが、何れも好ましく用いられる。製膜速度を上げるために加圧ダイを2基以上設けても、ドープ量を分割して2層以上に重層してもよい。

【0064】溶媒蒸発工程：ウェブを流延用支持体上で加熱し溶媒を蒸発させる工程である。溶媒を蒸発させるには、ウェブ側から風を吹かせる方法及び/または支持体の裏面から液体により加熱する方法、輻射熱により表裏から加熱する方法があるが、裏面液体加熱方法が乾燥効率がよく好ましい。またそれらを組み合わせる方法も好ましい。

【0065】剥離工程：支持体上で溶媒が蒸発したウェブを、剥離位置で剥離する工程である。剥離されたウェブは次工程に送られる。剥離する時点でのウェブの残留溶媒量(下記式)があまり大き過ぎると剥離し難かったり、逆に支持体上で十分に乾燥させてから剥離すると途中でウェブの一部が剥がれたりする。製膜速度を上げる方法として、ゲル流延法(ゲルキャスト法、残留溶媒が多くても剥離できる)がある。ゲル流延法には、ドープ中にセルロースエステルに対する貧溶媒を加えて

ドープ流延後ゲル化する方法、支持体の温度を下げてゲル化する方法等がある。またドープ中に金属塩を加える方法もある。支持体上でゲル化させ膜を強くすることによって、剥離を早め製膜速度を上げることができる。残量溶媒量が多い時点で剥離する場合、ウェブが柔らか過ぎると剥離時平面性を損なったり、剥離張力によるツレや縦スジが発生し易く、生産性と品質との兼ね合いで残留溶媒量を定める。

【0066】乾燥工程：ウェブを千鳥状に配置したロールに交互に通して搬送する乾燥装置、及び／またはピンまたはクリップでウェブの両端の幅を保持して搬送するテンター装置を用いてウェブを乾燥する工程である。乾燥手段はウェブの両面に熱風を吹かせるのが一般的であるが、風の代わりにマイクロウェブを当てて加熱する手段もある。あまり急激な乾燥は出来上がりのフィルムの平面性を損ね易い。高温による乾燥は残留溶媒量が8%以下から行うのがよい。全体を通して、通常乾燥温度は40～250℃で、70～180℃が好ましい。使用する溶媒によって、乾燥温度、乾燥風量及び乾燥時間が異なり、乾燥条件は使用する溶媒の種類、組合せに応じて適宜選べばよい。

【0067】乾燥工程では溶媒の蒸発によってはウェブは巾方向に収縮しようとする。高温で急激に乾燥するほど収縮が大きくなる。この収縮を可能な限り抑制しながら乾燥することが、出来上がったフィルムの平面性を良好にする上で好ましい。この観点から、例えば、特開昭62-46625号公報に示されているような乾燥全工程あるいは一部の工程を巾方向にクリップでウェブの巾両端を保持しつつ乾燥させる方法（テンター方式）が好ましい。

【0068】巻き取り工程：ウェブを残留溶媒量が2%以下となつてからフィルムとして巻き取る工程である。残留溶媒量を0.4%以下にすることにより寸法安定性の良好なフィルムを得ることができる。巻き取り方法は、一般に使用されているものを用いれば良く、定トルク法、定テンション法、テーパーテンション法、内部応力一定のプログラムテンションコントロール法等があり、それらを使い分ければよい。

【0069】残留溶媒量は下記の式で表せる。

$$\text{残留溶媒量 (\%)} = (M - N) / N \times 100$$

（ここで、Mはウェブの任意時点での質量、NはMを110℃で3時間乾燥させた後の質量である。）

脂肪酸セルロースエステルフィルムの膜厚の調節は、ドープ濃度、ポンプの送液量、ダイの口金のスリット間隙、ダイの押し出し圧力及び流延用支持体の速度をコントロールするのがよい。また、膜厚を均一にする手段として、膜厚検出手段を用いて得た情報を上記装置にフィードバックさせて調節するのが好ましい。

【0070】流延直後から乾燥までの工程において、乾燥装置内の雰囲気空気を空気とするのもよいが、窒素ガスや

炭酸ガス等の不活性ガス雰囲気で行ってもよい。ただし、乾燥雰囲気中の蒸発溶媒の爆発限界の危険性は常に考慮されなければならない。

【0071】本発明の厚み方向のリターデーション値（Rt値）のフィルムを得るには、以下のような方法が挙げられるが、これらに限定されるものではない。

（1）フィルムをベルトまたはドラムから剥離するまでの工程においては、剥離時の残留溶媒量を少なくするとRt値は増加し、多くすると減少する。この場合、好ましい剥離時の残留溶媒量は、5～100%、より好ましくは5～80%、更に好ましくは10～45%である。（2）剥離張力並びに乾燥ゾーン内の搬送張力は、大きくするとRt値は減少し、小さくすると増加する。好ましい剥離張力としては、50～400N/m、より好ましくは100～300N/m、更に好ましくは100～250N/mである。また、乾燥ゾーン内の搬送張力は、好ましくは50～200N/m、より好ましくは80～150N/m、更に好ましくは80～120N/mである。

（3）フィルムを延伸しながら乾燥するピンテンター方式またはクリップテンター方式で乾燥方式がある。この場合、延伸倍率が大きくなるとRt値は増加し、小さくすると減少する。好ましい延伸倍率としては、2～50%、より好ましくは5～40%、更に好ましくは10～30%である。

【0072】本発明の光学フィルムは、厚み方向のリターデーション値（Rt値）が正の値であり、60～300nmである。好ましくは70～300nm、より好ましくは90～200nm、更に好ましくは100～175nmである。Rt値は、自動複屈折計KOBRA-21ADH（王子計測機器（株）製）を用いて、23℃、相対湿度55%で波長590nmにおいて3次元屈折率測定を行い、屈折率 n_x 、 n_y 、 n_z を求めることにより得られる。

【0073】また、本発明の光学フィルムの厚みは、40～190μmであることが好ましい。60～190μmがより好ましく、更に100～175μmが好ましく、特に120～160μmが好ましい。

【0074】本発明においては、湿度によるリターデーション値の変動を抑制し、また、良好な視野角特性を得るためには、本発明の光学フィルム及び本発明の偏光板保護フィルム（偏光板貼合後の該光学フィルム）の平衡含水率は6%以下であることが好ましく、5%以下、4%以下、3%以下、2%以下、1%以下と数値が下がるに従って更に好ましくなるが、特に好ましくは実質的に零である場合である。本発明において、“実質的に零”とは、0.5%以下を表す。

【0075】尚、平衡含水率の測定はカールフィッシャー水分計、具体的には、微量水分測定装置CA-06と水分気化装置VA-06（三菱化成（株）製）を用い、

120℃、45分間加熱させた後に、下記式によって含水率を算出することができる。

【0076】含水率(%) = 残存水分質量 / 加熱処理後のフィルム質量 × 100

この偏光板保護フィルムが表面に設けられる偏光膜は、従来から公知のものを用いることができる。例えば、ポリビニルアルコールのような親水性ポリマーからなるフィルムを沃素のような二色性染料で処理して延伸したものや、ポリ塩化ビニルのようなプラスチックフィルムを処理してポリエテンを配向したものをを用いる。そして、偏光板は上記偏光板保護フィルムを偏光膜の少なくとも片面に積層したものとして構成される。

*

セルロースアセテートプロピオネート (CAP)	120質量部
(置換度は表1に記載)	
2-(2'-ヒドロキシ-3', 5'-ジ-tert-ブチルフェニル)	
ベンゾトリアゾール (紫外線吸収剤)	1質量部
エチルフタリルエチルグリコレート (可塑剤)	4質量部
微粒子シリカ (日本アエロジル (株) 製AEROSIL200)	
(0.016μm)	0.1質量部
酢酸メチル	300質量部
エタノール	45質量部

ドープ温度を40℃に下げて常圧に戻し一晩静置し、脱泡操作を行った後、溶液を安積濾紙 (株) 製の安積濾紙No. 244を使用して濾過した。次に、ドープを冷却して35℃に保ち、二つのドラムに張られた回転する長さ6m (有効長5.5m) のエンドレスステンレスベルト上に均一に流延した。ステンレスベルトの裏面から35℃の温水を接触させてステンレスベルト上で2分間乾燥した後、更にステンレスベルトの裏面から15℃の冷水を接触保持した。剥離残留溶媒量が20%になるまで溶媒を蒸発させた時点で、ステンレスベルトから剥離張力150N/mで剥離した。次いで剥離したフィルムの両端を固定しながら130℃で乾燥後、更に多数のロールで搬送張力130N/mで搬送させながら乾燥させ、膜厚120μmのフィルムNo. 1を得た。

【0081】セルロース素材、溶媒の種類と添加量、可塑剤、残留溶媒量及びフィルムの膜厚を表1に示すように変更し、フィルムNo. 1と同様にしてフィルムNo. 2~11を作製した。

【0082】このフィルムについて下記方法により測定及び評価を行った。その結果を表1、2に示す。

【0083】〔脂肪酸セルロースエステルの置換度〕置換度はケン化法によって測定する。乾燥したセルロースエステルを精秤し、アセトンとジメチルスルホキシドの※

溶媒：メチレンクロライド カラム：MPW×1 (東ソー (株) 製)
試料濃度：0.2W/V% 流量：1.0ml/分
試料注入量：300ml
標準試料：ポリスチレン 温度：23℃

〔残留溶媒量〕

残留溶媒量(%) = (M-N) / N × 100

*【0077】このようにして得られた偏光板が、VA型液晶セルの片面または両面に設けられる。これによって、本発明の液晶表示装置が得られる。

【0078】

【実施例】以下、本発明を実施例により具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0079】実施例1

(脂肪酸セルロースエステルフィルムの作製と評価) 下記組成物を加圧密閉容器に投入し、80℃に加温して容器内圧力を500kPaとし、保温、攪拌しながら完全に溶解させた。

【0080】

※混合溶媒 (容量比4:1) に溶解した後、所定の1mol/L水酸化ナトリウム水溶液を添加し、25℃で2時間ケン化する。フェノールフタレインを指示薬として0.5mol/L硫酸で過剰の水酸化ナトリウムを滴定する。また上記と同様な方法によりブランクテストを行う。さらに、滴定が終了した溶液の上澄み液を希釈し、イオンクロマトグラフを用いて常法により有機酸の組成を測定する。そして下記に従って置換度(%)を算出する。

【0084】 $TA = (Q - P) \times F / (1000 \times W)$
 $DS_{ac} = (162.14 \times TA) / (1 - 42.14 \times TA + (1 - 56.06 \times TA) \times (AL/AC))$
 $DS_{pr} = DS_{sc} \times (AL/AC)$

(式中、Pは試料の滴定に要する0.5mol/L硫酸量(ml)、Qはブランクテストに要する0.5mol/L硫酸量(ml)、Fは0.5mol/L硫酸の力価、Wは試料質量(g)、TAは全有機酸量(mol/g)、AL/ACはイオンクロマトグラフで測定した酢酸(AC)と他の有機酸(AL)とのモル比、DS_{sc}はアセチル基の置換度、DS_{pr}はプロピオニル基の置換度を示す。)

〔脂肪酸セルロースエステルの数平均分子量〕高速液体クロマトグラフにより下記条件で測定する。

★Mは加熱前のフィルム (ウェブ) の質量、NはMを11

★50℃で3時間乾燥させた後の質量である。

【0085】〔厚み方向のリターデーション値(Rt値)〕自動複屈折計KOBRA-21ADH(王子計測機器(株)製)を用いて、23℃、相対湿度55%で、波長が590nmにおいて、3次元屈折率測定を行い、*

$$Rt値 = ((n_x + n_y) / 2 - n_z) \times d \quad (式1)$$

(n_x はフィルム面内の屈折率が最も大きい方向の屈折率、 n_y は n_x に直角な方向でのフィルム面内の屈折率、 n_z はフィルムの厚み方向の屈折率、 d はフィルムの厚み(nm)をそれぞれ表す。)

〔面方向リターデーション値(Ro値)〕自動複屈折計KOBRA-21ADH(王子計測機器(株)製)を用いて、23℃、相対湿度55%で、波長が590nmにおいて、3次元屈折率測定を行い、屈折率 n_x 、 n_y を求める。下記(式2)に従って、面方向のリターデーション値(Ro値)を算出する。

$$Ro値 = (n_x - n_y) \times d \quad (式2)$$

(n_x はフィルム面内の屈折率が最も大きい方向の屈折 ※

*屈折率 n_x 、 n_y 、 n_z を求める。下記(式1)に従って、厚み方向のリターデーション値(Rt値)を算出する。

【0086】

※率、 n_y は n_x に直角な方向でのフィルム面内の屈折率、 d はフィルムの厚み(nm)をそれぞれ表す。)

〔異物数〕偏光クロスニコル状態で配置した2枚の偏光板の間に試料を置き、偏光板の片方から光を当て、顕微鏡で他方の偏光板側から光って白く抜けて見える25mm²当たりの5μm以上の大きさの異物の数を任意に10カ所測定する。合計値を250mm²当たりの異物数とし、この測定を5回繰り返してその平均値を異物数とする。顕微鏡条件は透過光で30倍である。

【0088】

【表1】

フィルム No.	素材	置換度 DSac/DSpr	数平均 分子量	溶媒の種類と添加量 (質量部)
1	CAP	2.0/0.8	約10万	MA300 ET45
2	CAP	1.9/0.7	約9万	MA350 ET35
3	CAP	2.2/0.7	約12万	MC450 ET50
4	CAP	1.7/1.0	約10万	MA300 ET45
5	CAP	1.8/0.9	約12万	MA300 AC50
6	TAC	2.8/0.0	約20万	MC450 ET50
7	CAP	1.6/0.9	約10万	MC300 ET45
8	CAP	2.0/0.8	約10万	MA300 ET45
9	CAP	2.0/0.8	約10万	MA300 ET45
10	CAP	1.5/1.2	約10万	MC450 ET50
11	CAP	2.3/0.5	約10万	MC450 ET50

CAP:セルロースアセテートプロピオネート

TAC:セルローストリアセテート

MA :酢酸メチル

ET :エタノール

MC :メチレンクロライド

AC :アセトン

【0089】

★ ★【表2】

フィルム No.	可塑剤 (重量部)	残留溶媒 (%)	膜厚 (μm)	Rt (nm)	Ro (nm)	異物数	
						5~50 μm (個)	50 μm 超 (個)
1	EPEG 5	20	120	130	3	66	0
2	TPP 7 EPEG 3	15	120	160	4	60	0
3	EPEG 5	80	120	50	8	250	3
4	EPEG 5	42	120	120	2	51	0
5	TPP 8 EPEG 2	65	120	110	4	55	0
6	EPEG 5	80	120	55	10	450	8
7	ATBC 10	80	120	140	8	40	0
8	EPEG 5	40	80	95	5	48	0
9	EPEG 5	28	140	140	6	80	0
10	TPP 15	80	100	120	5	25	0
11	TPP 15	50	60	60	2	240	0

EPEG: エチルフタリルエチルグリコレート

TPP: トリフェニルフォスフェート

ATBC: アセチルトリブチルシトレート

【0090】(液晶表示装置の作製と評価) 上記のようにして得られたフィルムNo. 1を40℃の2.5m ϕ 1/L水酸化ナトリウム水溶液で60秒間処理し、3分間水洗して、ケン化処理層を形成したアルカリ処理フィルムを得た。

【0091】次に厚み120 μm のポリビニルアルコールフィルムを沃素1質量部、ホウ酸4質量部を含む水溶液100質量部に浸漬し、50℃で4倍に延伸して偏光膜を作った。この偏光膜の両面に前記アルカリ処理フィルムを完全ケン化型ポリビニルアルコール5%水溶液を粘着剤として貼り合わせて偏光板を作製し、これをVA型液晶セルの両面に設け液晶表示装置No. 1を得た。

【0092】同様にして、フィルムNo. 2~11を使用してそれぞれ液晶表示装置No. 2~11を得た。

【0093】このフィルムについて下記方法により測定及び評価を行った。その結果を表3に示す。

【0094】〔視野角特性〕得られた液晶表示装置に、(株)エーエムティ製VG365Nビデオパターンジェネレーターにて、白色表示、黒色表示及びグレー8階調*

*表示を行い、白色/黒色表示時のコントラスト比を大塚電子(株)製LCD-7000にて測定した。コントラスト比 ≥ 10 を示す角度を視野角とする。

【0095】〔湿熱耐久性〕得られた液晶表示装置を80℃、90%RH下で1000時間放置した後のフィルムのガラス板からの剥離の有無を観察した。

【0096】

◎: 剥離なし

○: 僅かに剥離が認められるが実用上問題ないレベル

×: 剥離あり

〔総合評価〕視野角特性及び湿熱耐久性を総合的に評価した。

【0097】

◎: 非常に良好

○: 良好

×: 使用不可

【0098】

【表3】

液晶表示装置 No.	視野角特性(度)				湿熱 耐久性	総合評価	発明 区分
	上	下	左	右			
1	72	55	65	60	○	○	発明
2	74	59	65	65	◎	◎	発明
3	45	40	45	40	○	×	比較
4	72	57	63	62	◎	◎	発明
5	70	55	60	60	◎	◎	発明
6	45	45	50	45	×	×	比較
7	73	60	65	65	◎	◎	発明
8	60	50	62	62	○	○	発明
9	72	57	63	63	○	○	発明
10	70	60	65	60	◎	◎	発明
11	55	50	55	55	○	○	発明

【0099】表3から、プロピオニル基を含まないセルロースエステルフィルムNo. 6を用いた液晶表示装置No. 6は、湿熱耐久性に劣っており、視野角特性も劣ったものであった。しかし、本発明の光学フィルムを用いた液晶表示装置は、良好な視野角特性が得られ、かつ湿熱耐久性も良好であった。

【0100】(脂肪酸セルロースエステルフィルムの評価)フィルムNo. 1、5、6について下記の方法により測定及び評価を行った。その結果を表4に示す。

【0101】〔透過率〕分光光度計(U-3400 (株)日立製作所製)を用いて波長550nmの光透過率を測定する。

【0102】〔フィルムの引き裂き強度〕ASTMD-1992に準じて測定する。東洋精機製作所(株)製デジタルテアリングテスターを用いて、幅50mm、長さ63.5mmのフィルムの幅方向の中央に12.7mmの切り込みを入れ、23℃、相対湿度55%で引き裂き強度を測定する。

【0103】〔動摩擦係数〕JIS-K-7125(1987)に準じて測定する。幅120mm、長さ300mmのフィルムを支持台に固定し、その上に幅80mm

m、長さ200mmのフィルムを表裏面が接触するように置く。さらにその上に200gの重りを置き速度100mm/分で水平に引っ張り、動き出したときの力Fを測定する。

【0104】動摩擦係数=F(N)/重りの重さ(N)

【0105】

【表4】

フィルム No.	透過率 (%)	引き裂き強度 (g/枚)	動摩擦係数
1	92	46	0.9
5	91	50	0.8
6	91	30	3.0

【0106】表4から、本発明に係る試料No. 1及び5は光学フィルムとして良好な特性を備えていることが分かる。

【0107】

【発明の効果】湿熱耐久性に優れ、強度が強く、異物欠陥が少なく、かつ視野角特性に優れた光学フィルム及びそれを用いた液晶表示装置を提供することができる。

フロントページの続き

(51)Int. Cl.⁷

B29L 11:00

識別記号

FI

B29L 11:00

テーマコード(参考)